

PAT-NO: JP405128988A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 05128988 A  
TITLE: ELECTRON BEAM DEVICE  
PUBN-DATE: May 25, 1993

INVENTOR-INFORMATION:  
NAME  
UENO, TAKEO

ASSIGNEE-INFORMATION:	
NAME	COUNTRY
HITACHI LTD	N/A
HITACHI INSTR ENG CO LTD	N/A

APPL-NO: JP03311330  
APPL-DATE: October 31, 1991

INT-CL (IPC): H01J037/18, H01J037/16 , H01J037/20  
US-CL-CURRENT: .250/396R

ABSTRACT:

PURPOSE: To prevent a contamination or a damage of the sample by the residual gas in a container by providing a means to fill an inert gas in an enclosed container housing a mirror body, and arranging an operating means for an electron gun and the like outside the container.

CONSTITUTION: When parts in a mirror body 2 is degassed, a vacuum valve 22 is opened and the inside of the mirror body 2 is evacuated by a vacuum pump 23. And the inside of a mirror chamber 1 is evacuated by a

vacuum pump 26 by closing valves 17, 18, and 19, and opening a vacuum valve 25. Then, the valve 25 is closed, and the nitrogen in a nitrogen cylinder 20 is led in from the valve 19 at the pressure higher than the air pressure out of the door. And when the mirror body 2 is heated by a mirror body heater 14, a gas is generated from the inside of the internal parts, it is evacuated out of the chamber 1 by the pump 23, and the inside of the mirror body 2 is made in a clean vacuum. In this case, even though there is a minute leakage in the mirror body 2, the chamber 1 is filled with the nitrogen gas, and the invasion of moisture in the air which causes sample contamination can be prevented.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-128988

(43)公開日 平成5年(1993)5月25日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 J	37/18	9069-5E		
	37/16	9069-5E		
	37/20	E 9069-5E		

審査請求 未請求 請求項の数6(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平3-311330

(22)出願日 平成3年(1991)10月31日

(71)出願人 00005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(71)出願人 000233240

日立計測エンジニアリング株式会社

茨城県勝田市堀口字長久保832番地2

(72)発明者 上野 武夫

茨城県勝田市市毛882番地 日立計測エンジニアリング株式会社内

(74)代理人 弁理士 平木 道人

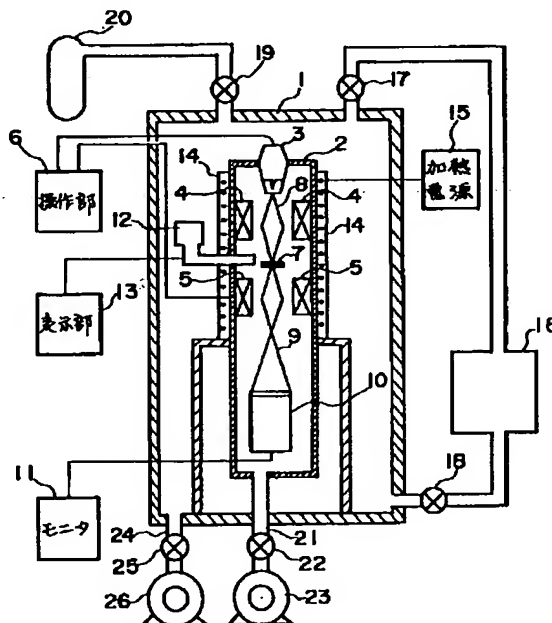
VENO

(54)【発明の名称】 電子線装置

(57)【要約】

【目的】 試料加熱もしくは試料冷却時の試料の機械的ドリフトや微小部分分析時の試料汚染、試料損傷などを防止する。

【構成】 鏡体室1内には電子顕微鏡の鏡体部2が設置されている。鏡体部2には、電子銃3、収束レンズ系4、拡大レンズ系5が設けられ、これらは鏡体室1外に置かれた操作部6に接続されている。鏡体部2には鏡体排管21、真空バルブ22を介して真空ポンプ23が接続されている。また、鏡体部2には体加熱ヒータ14が装着され、当該鏡体加熱ヒータ14の鏡体加熱電源部15は鏡体室1外に設置されている。鏡体室1にはバルブ17、18を介して冷房機16が接続されると共に、バルブ19を介して窒素ガスポンプ20が接続され、また、鏡体室排管24、真空バルブ25を介して真空ポンプ26が接続されている。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 電子銃、電子レンズ群、試料ホルダ、および試料ステージなどを収容する鏡体と、前記鏡体内部を真空排気する第1の排気手段と、前記鏡体を収容し、内部雰囲気を外気から遮断する密閉容器と、前記密閉容器内部を真空排気する第2の排気手段と、真空排気された密閉容器内に不活性ガスを充填する不活性ガス充填手段とを具備し、前記電子銃および電子レンズ群などを操作する操作手段を、前記密閉容器外に配置したことを特徴とする電子線装置。

【請求項2】 密閉容器内の気圧は密閉容器外の気圧より高いことを特徴とする請求項1記載の電子線装置。

【請求項3】 前記試料ホルダおよび試料ステージを加熱する第1の加熱手段と、前記鏡体を加熱する第2の加熱手段とをさらに具備したことを特徴とする請求項1または請求項2記載の電子線装置。

【請求項4】 前記試料ホルダおよび試料ステージを冷却する第1の冷却手段と、前記鏡体を冷却する第2の冷却手段とをさらに具備したことを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の電子線装置。

【請求項5】 前記第2の加熱手段は、前記密閉容器内に充填された不活性ガスを加熱することにより鏡体を加熱することを特徴とする請求項3または請求項4記載の電子線装置。

【請求項6】 前記第2の冷却手段は、前記密閉容器内に充填された不活性ガスを冷却することにより鏡体を冷却することを特徴とする請求項4または請求項5記載の電子線装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、電子線を利用して極微小領域の観察・分析を行う電子顕微鏡や電子線測長装置などの電子線装置に係り、特に、鏡体内への雰囲気ガスのリークを防止して試料汚染や試料破壊を防止する一方、試料ホルダと試料ステージとの温度差の違いにより生ずる試料のドリフトを防止するようにした電子線装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】電子顕微鏡などの電子線装置の鏡体内は高真空排気されているが、例えば、Oリング部などからの僅かな真空漏れは防ぎ切れない。このため、鏡体内部には雰囲気ガス（空気）が侵入し、これが残留ガスとして鏡体内に存在する。残留ガスが存在する状態で試料に電子線が照射されると、残留ガスに含まれる酸素や水分などが原因となって、試料汚染や試料損傷といった問題が発生する。

2

【0003】そこで、このような問題を解決するために、例えば特開昭57-3361号公報や特開昭61-58151号公報では、複数の電子レンズの中心に、電子線通路となる1本のステンレスパイプを設けて当該パイプ内を真空シールすると共に、当該ステンレスパイプに加熱手段を設けて、真空加熱脱ガスを可能にした技術が開示されている。

【0004】また、特開昭63-32847号公報では、鏡体内の残留ガスを液体ヘリウムに吸着させる技術が開示されている。

【0005】その他にも、試料近傍に液体窒素などで冷却した金属板を置き、それに残留ガスを吸着させる方法も提案されている。また、補助的な手段として、測定の合間に短時間、鏡体をベーキングして鏡体内部の部品に吸着したガスを放出させることにより試料汚染を軽減する方法も提案されている。

【0006】一方、従来の電子顕微鏡では、測定者の作業効率を重視して、その鏡体部が操作部、信号処理部、信号表示部など一体構造となっていた。従って、鏡体部は一般的な実験室の環境に設置されていた。

【0007】このため、鏡体表面は常に20℃前後の空気に触れていることになり、例えば、タンパク質の構造やポリマなどの高分子材料の構造を観察するときのように、試料を冷却しながら観察する場合、あるいは半導体結晶の成長過程を観察するときのように、試料を加熱しながら測定する場合には、試料ホルダと試料ステージとの温度が異なるために発生する、試料の機械的なドリフトにより、観察像の分解能の低下や微小領域測定時の空間分解能の低下を招いていた。

【0008】このような試料ドリフトを防止するために、例えば特開昭56-22039号公報では、試料交換室に、鏡体内部の試料ステージと試料ホルダとが同じ温度になるようにホルダに加熱機構を設ける技術が提案されている。また、特開昭61-126751号公報では、電子線装置の設置室全体の温度制御を行う技術が提案されている。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】ところが、上記した各従来技術は、装置の大型化やランニングコストの増大を招き、いずれも実用化されるに至っていない。

【0010】本発明の第1の目的は、上記した従来技術の問題点を解決して、鏡体内に存在する残留ガスによる試料汚染や試料損傷を防止することにある。

【0011】また、本発明の第2の目的は、上記した従来技術の問題点を解決して、試料ホルダと試料ステージとの温度が異なるために発生する試料の機械的なドリフトを防止することにある。

## 【0012】

【課題を解決するための手段】上記した第1および第2の目的を達成するために、本発明では、それぞれ以下のような手段を講じた点に特徴がある。

(1) 鏡体を收容し、その内部雰囲気を外雰囲気から遮断する密閉容器と、密閉容器内に不活性ガスを充填する不活性ガス充填手段とを具備し、電子銃および電子レンズ群などを操作する操作手段を前記密閉容器外に配置するようにした。

(2) 試料ホルダおよび試料ステージを加熱（または冷却）する第1の加熱（冷却）手段と、鏡体を加熱（または冷却）する第2の加熱（冷却）手段とをさらに設けるようにした。

【0013】

【作用】上記した構成(1)によれば、鏡体の不活性ガス中に置かれるので、Oリング部などからの僅かな真空漏れがあっても鏡体内には不活性ガスが侵入するだけで空気が侵入することはない。したがって、残留ガスによる試料汚染や試料損傷が防止される。

【0014】また、上記した構成(2)によれば、試料ホルダと試料ステージとの温度差が抑制されるので、試料のドリフトが抑制されて分解能の高い観察が可能になる。

【0015】しかも、鏡体部と操作部とは別の環境に密閉されているので、測定者の位置する環境に影響を与えずに鏡体温度や鏡体周辺の雰囲気を目的に応じて変えることができる。

【0016】

【実施例】図1は本発明の一実施例である電子顕微鏡の断面図である。

【0017】同図において、内部雰囲気を外雰囲気から遮断する鏡体室1の内部には電子顕微鏡の鏡体2が設置されている。鏡体2内には、電子銃3、収束レンズ系4、拡大レンズ系5が設けられ、これらは鏡体室1外に置かれた操作部6に接続されている。また、収束レンズ系4と拡大レンズ系5との間には、試料ホルダ（図示せず）によって試料7が支持されている。

【0018】鏡体2には鏡体排管21および真空バルブ22を介して真空ポンプ23が接続されている。また、鏡体2の側面には鏡体加熱ヒータ14が装着され、当該鏡体加熱ヒータ14の加熱電源部15は鏡体室1外に設置されている。

【0019】一方、鏡体室1には、バルブ17、18を介して冷房機16が接続されると共に、バルブ19を介して、窒素ガスボンベなどの不活性ガスボンベ20が接続され、また、鏡体室排管24および真空バルブ25を介して真空ポンプ26が接続されている。

【0020】このような構成において、電子銃3から発せられた電子線8は、収束レンズ4によって収束され、収束レンズ4と拡大レンズ5の間に配置された試料7に照射される。試料7の投影像9は拡大レンズ5によって拡大され、撮像管10に到達する。撮像管10の像は鏡体室1外のモニタ11に表示される。

【0021】試料7の近傍には、当該試料7から発生す

る特性X線を検出するためのX線検出器12が取り付けられている。X線検出器12で検出された試料7からの特性X線はX線信号表示部13に表示される。

【0022】上記した構成の電子線装置では、それぞれの使用目的に応じて次のような操作を行う。

(1) 鏡体内部部品を脱ガスする場合

真空バルブ22を開き、真空ポンプ23により鏡体2内部を排気する。また、バルブ17、18、19を閉じ、真空バルブ25を開いて、真空ポンプ26により鏡体室1内を排気する。

【0023】排気完了後、真空バルブ25を閉じてバルブ19を開き、窒素ガスボンベ20の窒素ガスを鏡体室1内に導入する。このとき、鏡体室1内の気圧は室外の気圧より高く設定することが望ましい。

【0024】次に、加熱電源部を付勢して鏡体2を鏡体加熱ヒータ14により加熱する。この加熱により、鏡体2内部に発生する鏡体内部部品からのガスは、真空ポンプ23によって鏡体室1外に排気される。これにより、鏡体2内部は清浄な真空となり、また、鏡体室1は窒素ガスボンベ20からの窒素ガスで満たされているので、鏡体2に僅かなリークがあっても、試料汚染の原因となる空気中の水分が鏡体2内部に浸入することが防止される。

(2) 加熱試料観察中の試料ドリフトを軽減する場合

図2は、試料ホルダ28に加熱手段を設けた本発明の第2実施例の断面図であり、前記と同一の符号は同一または同等部分を表している。

【0025】以下、加熱試料観察中の試料ドリフト軽減の方法について、図1、図2を用いて説明する。

【0026】試料7を高温で観察する場合、試料7は試料加熱ヒータ27を組み込んだ試料加熱ホルダ28に装着されて鏡体2内に挿入される。試料加熱温度の設定は、鏡体室1外に設置された試料加熱ヒータ電源29により行なわれる。

【0027】ところで、このような高温観察においては、試料7と鏡体2との温度差に起因する試料ドリフトが常に問題となる。そこで、この試料ドリフトの問題を解決するために、本実施例では、鏡体2を鏡体加熱ヒータ14によって試料7と同等またはそれに近い温度まで加熱することにより、試料7（試料加熱ホルダ28）と鏡体2との温度差をなくし、試料7の熱的および機械的ドリフトを軽減する。

【0028】しかも、鏡体室1によって、鏡体2の設置される内部雰囲気が操作部6の設置される外雰囲気から遮断されるので、測定者の位置する操作部6を測定作業に最適な環境に保ったまま、鏡体2の環境を測定目的に合わせて理想的な状態に設定することができる。

(3) 冷却試料観察中の試料ドリフトを軽減する場合

図3は、試料ホルダに冷却手段を設けた本発明の第3実施例の断面図であり、前記と同一の符号は同一または同

等部分を表している。

【0029】以下、冷却試料観察中の試料ドリフト軽減の方法について、図1、図3を用いて説明する。

【0030】試料を低温で観察する場合、試料7は試料冷却ホルダ30に装着されて鏡体2内に挿入される。試料冷却ホルダ30には液体窒素などの冷媒31を貯える冷却層32が連結されており、試料7は、試料冷却ホルダ30を介して熱伝導により冷却されている。

【0031】このような状態の観察においては、試料7と鏡体2との温度差に起因する試料ドリフトが、上記(2)加熱の場合と同様に常に問題となる。そこで、この試料ドリフトを解決するために、本実施例では、バルブ17、18を開き、冷房機16によって鏡体室1内をできるだけ試料7に近い温度に冷房する。これにより、試料7と試料冷却ホルダ30を取り巻く環境の温度差は縮められ、試料のドリフトは軽減される。

【0032】しかも、前記同様、鏡体室1の内部雰囲気は操作部6の設置される外部雰囲気から遮断されるので、測定者の位置する操作部6を測定作業に最適な環境に保ったまま、鏡体2の環境を測定目的に合わせて理想的な状態に設定することができるようになる。

【0033】なお、上記した第2実施例では、鏡体2を鏡体加熱ヒータ14によって加熱されるものとして説明したが、本発明はこれのみに限定されず、冷房機16の代りに暖房器を設置し、鏡体室1内に充填された不活性ガスを暖房器で暖めることによって間接的に鏡体2を加熱するようにしても良い。

【0034】

【発明の効果】上記説明したように、本発明によれば、次のような効果が達成される。

(1) 鏡体が不活性ガス中に置かれるので、Oリング部な

どからの僅かな真空漏れがあっても鏡体内には不活性ガスが侵入するだけで空気が侵入することはない。したがって、残留ガスによる試料汚染や試料損傷が防止される。

(2) 鏡体の設置環境と観察者の操作環境とが区別されるので、測定者の位置する操作部を測定作業に最適な状態に保ったまま、鏡体部の環境を測定目的に合わせて理想的な状態に設定することができる。

(3) 試料ホルダと試料ステージとの温度差が抑制されるので、試料のドリフトが抑制されて分解能の高い観察が可能になる。しかも、鏡体部と操作部とは別の環境に密封されているので、測定者の位置する環境に影響を与えずに鏡体温度や鏡体周辺の雰囲気を目的に応じて変えることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施例である電子顕微鏡のブロック図である。

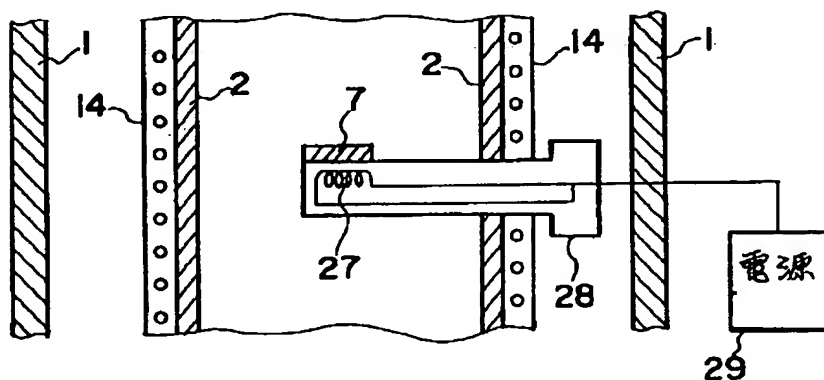
【図2】 図1の試料ホルダ部近傍の断面図である。

【図3】 図1の試料ホルダ部近傍の断面図である。

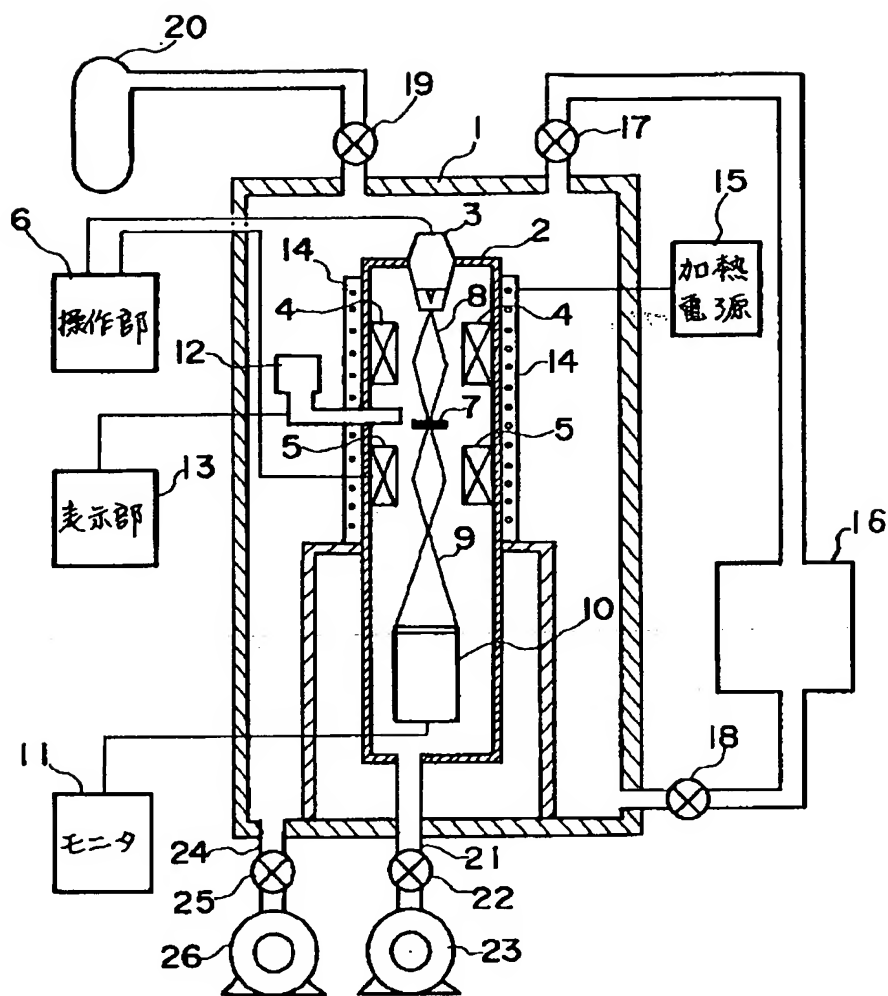
【符号の説明】

1…電子線装置鏡体室、2…鏡体、3…電子銃、4…収束レンズ、5…拡大レンズ、6…操作部、7…試料、8…電子線、9…投影像、10…撮像管、11…モニタ、12…X線検出器、13…X線信号表示部、14…鏡体加熱ヒータ、15…加熱電源部、16…冷房機、17、18、19…バルブ、20…窒素ガスボンベ、21…鏡体排管、22…真空バルブ、23…真空ポンプ、24…鏡体室排管、25…真空バルブ、26…真空ポンプ、27…試料加熱ヒータ、28…試料加熱ホルダ、29…試料加熱ヒータ電源、30…試料冷却ホルダ、31…冷媒、32…冷却層

【図2】



【図1】



【図3】

